

猪油液态油脂(低熔点)分离提取技术的研究

■ 陈月锋 罗永康 (中国农业大学食品科学与营养工程学院 北京 100083)

■ 何刚强 (浙江金大地生物工程股份有限公司 浙江 314100)

摘 要 本研究旨在对普通猪油进行分离提取,以获得在室温下(20℃)呈液态、流动性好的低熔点液态猪油。确定了结晶温度、冷却速度、养晶时间为猪油液态油脂干法分离提取技术的主要影响因素,通过二次正交旋转模型得出的最佳工艺条件为:结晶温度24.6℃;冷却速率5.8℃/h;养晶时间1.9h。经验证,在该条件下得出的低熔点液态猪油的得油率在5%左右,熔点为17.7℃、碘值为84.55 I₂g/100g。

关键词 猪油 结晶温度 冷却速率 养晶时间

1 概述

猪油是一种丰富的动物脂肪资源,因其特殊的香味,受到消费者的欢迎。我国是一个猪油资源十分丰富的国家,生活中人们常将肥肉及板油熬炼成猪油来供食用及烹饪。随着人们膳食结构的改善和生活水平的提高,及肥猪肉的大量过剩,猪油的利用开发日渐成为一个十分重要的课题^[1]。干法分离提取也称常规法,也是最简单和最经济的分提工艺,称为自然或绿色的技术^[2],此法用以分离猪油,科学地搞好猪油深加工和开发高价值、高利润的产品,以期实现物尽其用,获得较高的经济效益和社会效益。本研究利用干法技术对猪油进行分离提取,以获得在常温下呈液态的液态猪油。

2 材料与方法

2.1 材料:猪板油

2.2 实验方法

1)熔点测定:毛细管上升法^[3]。

2)碘值测定:韦氏溶液法^[4]。

2.3 液态油的分离提取

分离提取工艺的核心部分无疑是结晶部分,

如果结晶成功,分离就容易。

结晶分提过程一般可以分四步进行:1)加热至60℃,并在60℃下保持10~30min使之完全融化;2)以一定冷却速率至产生晶核;3)养晶,即晶核长大;4)固-液相分离、离析和提纯。

3 结果与分析

3.1 单因素试验

本研究分别对结晶温度、冷却速率、养晶时间对液态油的得油率进行了单因素试验,试验主要遵循的原则是:为了得到较低的液体油的熔点,同时又满足较高的液体油的得油率,尽可能地缩短冷却时间和养晶时间,提高冷却速率,减少养晶时间,但又要满足所得的液体油为稳定的液态形式,在室温下(20℃)长时间保持液态,并不产生絮凝沉淀。而液体油的得油率太低又没有太多意义,冷却时间和养晶时间过长,对于工业化大规模生产产生负面影响,带来生产率低,生产成本低,能源耗费大的弊端。本实验分别对结晶温度、冷却速率和养晶时间进行单因素实验,由实验得出单因素分离提取的工艺条件为结晶温度28℃,冷却速率5.8℃/h,养晶时间2h,而养晶时间1h~3h的得油率大体上没有什么差别。影响液态油得油率及其熔点的影

项目来源:浙江省科技厅资助项目(2003C12002)

响因素是结晶温度,冷却速率,养晶时间,搅拌速率和分离方式等,本文只对前三个因素进行探讨。

3.2 通用正交旋转试验对得油率的分析

根据单因子试验确定的分提工艺条件范围,对分提工艺条件进行优化设计。故确定通用正交旋转试验中心点为: X_1 结晶温度为 28°C , X_2 冷却速率为 5.8°C/h , X_3 养晶时间为 1.1h 。由三元二次正交旋转设计的统计软件对所得的数据进行处理,得出关于液态油的得油率的回归方程:

$$Y_1 = 23.84 + 9.37X_1 - 2.26X_2 + 0.02X_3 - 2.84X_{12} - 0.27X_1X_2 + 0.64X_1X_3 - 3.48X_{22} - 0.01X_2X_3 + 1.19X_{32}$$

由回归方程可知,三个一次项回归系数绝对值的大小依次为 $X_1 > X_2 > X_3$,说明结晶温度对液态猪油的得油率影响最大,冷却速率次之,养晶时间影响最小。

3.2.1 得油率的单因子的效应分析

在单因子的效应分子中,采用降维方法,将其其他两因子固定在不同的水平,分别描述单个因子的变动对液态猪油的得油率的影响。

1) 将冷却速率和养晶时间固定在 $(0, 0)$ 水平,可以得到结晶温度(X_1)对液态猪油的熔点(Y_1)的单因子模型:

$$f(X_1, 0, 0) = 23.84 + 9.37X_1 - 2.84X_{12}$$

2) 若将结晶温度和养晶时间固定在 $(0, 0)$ 水平,可以得到冷却速率(X_2)对液态猪油的熔点(Y_1)的单因子模型:

$$f(0, X_2, 0) = 23.84 - 2.26X_2 - 3.48X_{22}$$

3) 同样,将结晶温度和冷却速率固定在 $(0, 0)$ 水平,可以得到养晶时间(X_3)对液态猪油的熔点(Y_1)的单因子模型:

$$f(0, 0, X_3) = 23.84 + 0.02X_3 + 1.19X_{32}$$

由以上三个方程作图可以得到单因子对液态猪油的熔点的影响曲线,见图 1-1。

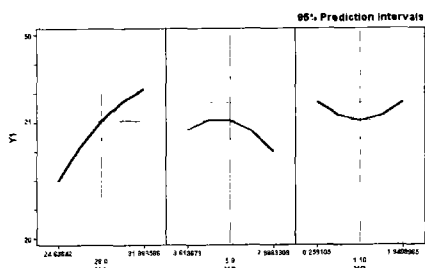


图 1-1 单因子对液体油的得油率的影响

图 1-1 曲线从左至右分别为曲线 1、曲线 2 和曲线 3。由图可知:

1) 曲线 1: 当冷却速率和养晶时间固定在 $(0, 0)$ 水平时,结晶温度对液态猪油的得油率成正相关,在该水平下,结晶温度对液态猪油的得油率的影响较大。2) 曲线 2: 当结晶温度和养晶时间固定在 $(0, 0)$ 水平时,冷却速率对液态猪油的得油率的影响成抛物线,且开口向下,即随着冷却速率的升高,液态油的得油率随之升高,当冷却速率升高到一定水平时,液态油的得油率达到最高,当冷却速率继续增大时,液态油的得油率逐渐降低,并且,在该水平下,冷却速率对液态猪油的得油率影响较大。3) 曲线 3: 当把结晶温度和养晶时间固定在 $(0, 0)$ 水平时,养晶时间对液态猪油的得油率的影响成抛物线,并且开口向上,即随着养晶时间的增加,液态油的得油率逐渐降低,当养晶时间达到一定水平时,液态猪油的得油率达到最低,随着养晶时间的延长,液态猪油的得油率也逐渐升高,在该水平下,养晶时间对液态猪油的熔点影响并不是很大,变化平缓。

3.2.2 对得油率的双因子的效应分析

1) 结晶温度(X_1)—冷却速度(X_2)对液体油的得油率的影响

采用降维分析方法,将 X_3 固定在零水平即养晶时间为 1.1h ,由此可得到结晶温度(X_1)与冷却速率(X_2)对液态油的得油率(Y_1)的关系方程:

$$Y_1 = 20.63 + 9.37X_1 - 2.26X_2 - 2.84X_{12} - 0.27X_1X_2 - 3.48X_{22}$$

根据该方程,绘制结晶温度(X_1)与冷却速度(X_2)对液体油的得油率(Y_1)的影响的曲面图,如图 1-2(1)所示。由图 1-2(1)可知,液体猪油的得油率随着结晶温度的升高而逐渐升高;当在一定水平的结晶温度下,得油率随着冷却速率的升高也逐渐升高,但当结晶速率升高到一定水平时,液体油的得油率达到最高,并随冷却速率的进一步升高,得油率有所下降。在二者的交互作用中,结晶温度起着主要作用,在较高结晶温度和一定水平的冷却速率的条件下,可以获得较高的液态猪油的得油率。

2) 结晶温度(X_1)—养晶时间(X_3)对液体油的得油率的影响

采用降维分析方法,将 X_2 固定在零水平即冷

却速率为 $5.8^{\circ}\text{C}/\text{h}$, 由此可得到结晶温度(X_1)与养晶时间(X_3)对液态油的得油率(Y_1)的关系方程:

$$Y_1 = 20.63 + 9.37X_1 + 0.02X_3 - 2.84X_{12} + 0.64X_1X_3 + 1.19X_{32}$$

根据该方程, 绘制结晶温度(X_1)—养晶时间(X_3)对液体油的得油率(Y_1)的影响的曲面图, 如图 1-2(2)所示。由图 1-2(2)可知, 液态猪油的得油率随着结晶温度的升高而升高, 而在一定水平的结晶温度下得油率随养晶时间的增加而减少, 当减少到一定水平时, 达到最低, 而当养晶时间达到较高水平时, 随着养晶时间的增加, 得油率逐渐增加, 得油率随养晶时间的改变而变化不大。在二者的交互作用下, 结晶温度起主要作用, 并在较高水平的结晶温度和较高水平的养晶时间的条件下, 可以获得较高的液态猪油的得油率。

3) 冷却速率(X_2)—养晶时间(X_3)对液体油的得油率的影响

采用降维分析方法, 将 X_1 固定在零水平即冷却速率为 28°C , 由此可得到冷却速率(X_2)与养晶时间(X_3)对液态油的得油率(Y_1)的关系方程:

$$Y = 20.63 - 2.26X_2 + 0.02X_3 - 3.48X_{22} - 0.01X_2X_3 + 1.19X_{32}$$

根据该方程, 绘制冷却速率(X_2)—养晶时间(X_3)对液体油的得油率(Y_1)的影响的曲面图, 如图 1-2(3)所示。由图 1-2(3)可知, 在养晶时间为一定水平时, 随着冷却速率的逐渐增大, 液体猪油的得油率逐渐增加, 当冷却速率达到一定水平时, 得油率达到最大, 当增大冷却速率时, 得油率又逐渐减少; 当养晶时间分别达到高水平或低水平时, 均得到较高的液态猪油的得油率; 而当冷却速率在一定水平时, 随着养晶时间的增加, 得油率逐渐降低, 当达到一定养晶时间后, 得油率最低, 而后随着养晶时间的增加, 得油率开始缓慢增加。在二者的交互作用下, 冷却速率起到主要作用, 在一定水平的养晶时间和一定水平的冷却速率条件下, 可以获得较高的液体猪油的得油率。

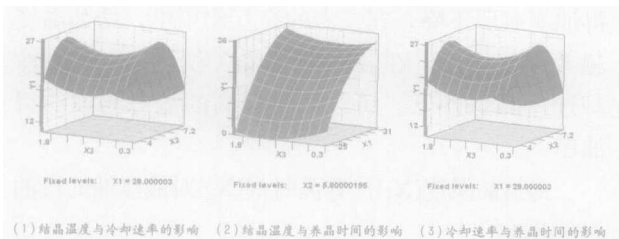


图 1-2 双因素对猪油液态油的得油率的效应分析

3.3 通用正交旋转试验对熔点的效应分析

根据三元二次正交旋转设计的 SAS 统计软件对所得的数据进行处理。得到如下回归方程:

$$Y_2 = 23.84 + 2.77X_1 - 0.11X_2 - 0.42X_3 - 0.41X_{12} - 0.02X_1X_2 - 0.141X_3 - 0.29X_{22} - 0.28X_2X_3 - 0.06X_{32}$$

由回归方程可知, 三个一次项回归系数绝对值的大小依次为 $X_1 > X_3 > X_2$, 说明结晶温度对液态猪油的熔点影响最大, 养晶时间次之, 冷却速率影响最小。

3.3.1 对熔点的单因子的效应分析

在单因子的效应分子中, 采用降维方法, 将其其他两因子固定在(0, 0)水平, 分别描述单个因子的变动对液态猪油的熔点的影响。

1) 将冷却速率和养晶时间固定在(0, 0)水平, 可以得到结晶温度(X_1)对液态猪油的熔点(Y_2)的单因子模型:

$$F(X_1, 0, 0) = 23.84 + 2.77X_1 - 0.41X_{12}$$

2) 若将结晶温度和养晶时间固定在(0, 0)水平, 可以得到冷却速率(X_2)对液态猪油的熔点(Y_2)的单因子模型:

$$F(0, X_2, 0) = 23.84 - 0.11X_2 - 0.29X_{22}$$

3) 同样, 将结晶温度和冷却速率固定在(0, 0)水平, 可以得到养晶时间(X_3)对液态猪油的熔点(Y_2)的单因子模型:

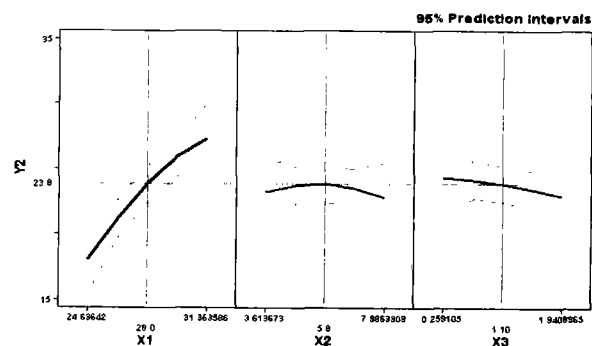


图 1-3 单因子对液体猪油熔点的影响

$$F(0, 0, X_3) = 23.84 - 0.42X_3 - 0.06X_{32} \quad (3)$$

由以上三个方程作图可以得到单因子对液态猪油的熔点的影响曲线, 见图 1-3。由图 1-3 可知, 从左至右分别为曲线 1、2、3。曲线 1: 当冷却速率和养晶时间固定在(0, 0)水平时, 结晶温度对液态猪油的熔点成正相关, 在该水平下, 结晶温度对液态猪油的熔点的影响较大。曲线 2: 当结晶温度

和养晶时间固定在(0, 0)水平时, 冷却速率对液态猪油的熔点的影响成抛物线, 且开口向下, 即随着冷却速率的升高, 液态油的熔点随之升高, 当冷却速率升高到一定水平时, 液态油的熔点达到最高, 当冷却速率继续增大时, 液态油的熔点逐渐降低, 并且, 在该水平下, 冷却速率对液态猪油的熔点影响不是很大。曲线3: 当把结晶温度和养晶时间固定在(0, 0)水平时, 养晶时间对液态猪油的熔点成负相关, 在该水平下, 养晶时间对液态猪油的熔点影响不大。

3.3.2 对熔点的双因子的效应分析

1) 结晶温度(X_1)—冷却速率(X_2)对液体油的熔点的影响

采用降维分析方法, 将 X_3 固定在零水平即养晶时间为 1.1 h, 由此可得到结晶温度(X_1)与冷却速率(X_2)对液态油的熔点(Y_2)的关系方程:

$$Y_2 = 23.84 + 2.77X_1 - 0.11X_2 - 0.41X_{12} - 0.02X_1X_2 - 0.29X_{22}$$

根据该方程, 绘制结晶温度(X_1)与冷却速度(X_2)对液体油的熔点(Y_2)的影响的曲面图和等直线图, 如图 1-4(1)所示。由图 1-4(1)可知, 液体猪油的熔点随着结晶温度的降低而逐渐降低; 在较低水平下, 液态油的熔点随着冷却速率的升高逐渐升高, 但当结晶速率升高到一定水平时, 液体油的熔点到达最高, 并随冷却速率的进一步升高, 熔点又开始逐渐降低。在二者的交互作用中, 结晶温度起着主要作用, 在较低结晶温度和较低的冷却速率的条件下, 可以获得较低熔点的液态猪油。

2) 结晶温度(X_1)—养晶时间(X_3)对液体油的熔点的影响

采用降维分析方法, 将 X_2 固定在零水平即冷却速率为 5.8 °C/h, 由此可得到结晶温度(X_1)与养晶时间(X_3)对液态油的熔点(Y_2)的关系方程:

$$Y_2 = 23.84 + 2.77X_1 - 0.42X_3 - 0.41X_{12} - 0.141X_3 - 0.06X_{32}$$

根据该方程, 绘制结晶温度(X_1)与养晶时间(X_3)对液体油的熔点(Y_2)的影响的曲面图和等直线图, 如图 1-4(2)所示。由图 1-4(2)可知, 液态猪油的熔点随着结晶温度的降低而降低; 在一定水平下, 液态油的熔点随着养晶时间的增加而降低。在二者的交互作用下, 结晶温度起主要作用, 并在较低水平的结晶温度和较高水平的养晶时间的条件

下, 可以获得较低熔点的液态猪油。

3) 冷却速率(X_2)—养晶时间(X_3)对液体油的熔点的影响

采用降维分析方法, 将 X_1 固定在零水平即冷却速率为 28 °C, 由此可得到冷却速率(X_2)与养晶时间(X_3)对液态油的熔点(Y_2)的关系方程:

$$Y_2 = 23.84 - 0.11X_2 - 0.42X_3 - 0.29X_{22} - 0.28X_2X_3 - 0.06X_{32}$$

根据该方程, 绘制冷却速率(X_2)—养晶时间(X_3)对液体油的熔点(Y_2)的影响的曲面图和等直线图, 如图 1-4(3)所示。由图 1-4(3)可知, 在冷却速率为较高水平时, 随着养晶时间的逐渐增加, 液体猪油的熔点逐渐降低, 而在冷却速率为较低水平时, 液态猪油的熔点又随着养晶时间的增加逐渐升高; 当养晶时间为较高水平时, 液态猪油的熔点随着冷却速率的升高而降低, 而当养晶时间处于较低水平时, 随着冷却速率的升高, 液态猪油的熔点逐渐升高。在二者的交互作用下, 养晶时间起主要作用, 并在较高水平的冷却速率和养晶时间的条件下, 获得的液态猪油的熔点较低。

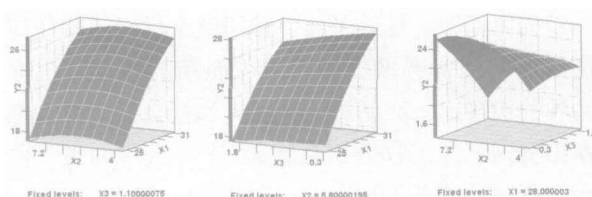


图 1-4 双因素对猪油液态油的熔点的效应分析

图 1-4 双因素对猪油液态油的熔点的效应分析

由于本实验的目的是要获得低熔点的液态猪油, 因此, 以熔点最低为目标, 用 SAS 软件预测求解分提工艺的最佳工艺条件, 从优化条件中选择实现的可能性也就是期望值最大的解决方案。二次正交旋转实验得到的最佳工艺条件为: 结晶温度为 24.64 °C, 冷却速度为 5.8 °C/h, 养晶时间为 1.94 h, 在这个条件下分提获得的液态猪油熔点为 17.54 °C, 得油率为 4.63%。

4 验证与结论

经检验, 在结晶温度为 24.64 °C, 冷却速度为 5.8 °C/h, 养晶时间为 1.94 h 的条件下分提获得的液态猪油其熔点为 17.7 °C, 而且实际值和预测值误差小于 5%, 得油率为 5%。此外, 本实验还验证

全国开展三绿工程宣传月活动

肉类 10 大畅销品牌正式发布

本刊讯 食品安全关系到广大人民群众的身体健康和生命安全,政府组织推介一批全国畅销优秀品牌,加大优质食品宣传力度,能更好地引导消费,让老百姓买得放心,吃得安心,同时也有利于促进优秀品牌食品生产企业的发展。

根据《国务院关于进一步加强的食品安全工作的决定》(国发[2004]23号)精神,商务部会同中宣部、科技部、财政部、铁道部、交通部、卫生部、工商总局、环保总局、食品药品监督管理局、国家认监委、国家标准委等12部门在联合开展三绿工程宣传月活动中,组织各地推荐了632个与广大人民群众密切相关的食品畅销品牌。

在各地商务、统计部门审核基础上,全国三绿工程办公室会同有关行业协会组织专家,进一步细化标准、量化考核、按照整个过程不收任何费用和向消费者推荐的品牌少而精的原则,根据品牌销售情况、产品质量状况、和社会认可度,推荐出全国三绿工程畅销品牌30个,其中肉类、白酒、蔬菜品牌各10个(名单附后),涵盖了双汇、金锣、五粮液等一批致命企业品牌及部分蔬菜注

册品牌。

为使推荐的过程更加客观、公正、推荐的结果在行业内具有良好的引导示范作用,并经得起社会各界的监督和检验,全国三绿工程办公室决定将推荐结果自2005年7月18日起在商务部网站上公示30天。公示期间,如有不同意见,全国三绿工程办公室将组织查验、核实。如无不同意见,全国三绿工程办公室将向社会正式发布。

全国三绿工程畅销品牌30个,其中肉类10个,他们是:

河南省漯河市双汇实业集团有限责任公司的双汇牌,山东临沂新程金锣肉制品有限公司的金锣牌,江苏雨润食品产业集团有限公司的雨润牌,山东得利斯集团公司的得利斯牌,河南华英农业发展股份有限公司的华英牌,内蒙古草原兴发股份有限公司的草原兴发牌,青岛九联牌,吉林德大有限公司的大牌,吉林省长春皓月清真肉业股份有限公司的皓月牌,四川高金食品股份有限公司的高金牌。

了分提后得到的液态猪油的碘值为84.551_g/100_g,实验证明,分提得到的低熔点猪油具有很高的碘值,验证了熔点越低,碘值越高,并且这种猪油在室温下(20℃)呈液态,具有良好的流动性。因此,本实验模型对生产实践还是具有一定的指导意义。因此,本研究得出以下结论:

1)经单因素实验得到的工艺条件为结晶温度28℃,冷却速率为5.8℃/h,养晶时间为2h。

2)经正交旋转实验优化的最佳工艺条件为结晶温度24.6℃,冷却速率为5.8℃/h,养晶时间为1.9h,在此条件下得到的液态猪油的得油率为5%,熔点为17.7℃,其碘值为84.551_g/100_g。这种猪油在室温下(20℃)呈液态,具有良好的流动性。

5 建议

建议在其他工艺条件范围对猪油液态油(低熔点)分离提取技术进行进一步研究探讨;对所获得的低熔点的猪油液态油进行SFI值(固体脂肪数)的测定,并且对其甘三酯进行成分和含量分析。

参考文献

- 1.周雪凯.猪油的利用[J]中国油脂.1994vol.19(1):53~56.
- 2.Gibon. Latest trends in dry fractionation. Lipid Technology, 2002, vol.14(3):33~36.
- 3.[美]Y.H.Hui主编、徐生庚、裘爱泳主译.贝类:油脂化学与工艺学(第三卷)[M].第五版.北京:中国轻工出版社.
- 4.黎顺兰翻译.粮食部陕西油脂科学研究所,全国油脂科技情报中心站.油脂标准分析方法,1981.